

Instrukcja do ćwiczenia nr 3
SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)
BENZYLIDENOANILINY

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzylidenoaniliny z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

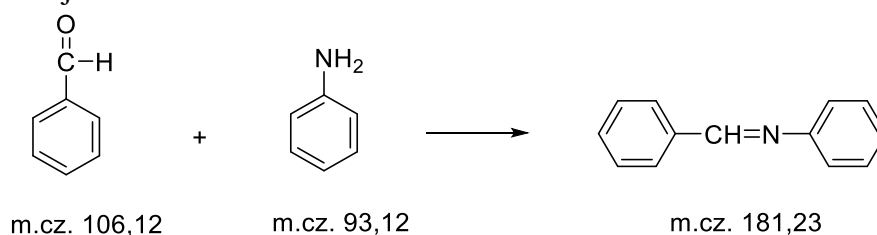
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje związków karbonylowych z aminami,
2. techniki laboratoryjne: praca w skali półmikro, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z aldehydem benzoesowym i aniliną.

Aldehyd benzoesowy działa drażniąco na skórę. Anilina działa toksycznie na drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą i po połknięciu.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba stożkowa o poj. 10 cm³ z dopasowanym korkiem, zlewka, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: aldehyd benzoesowy, anilina, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: syntezę należy prowadzić pod dygestorium.

W kolbie stożkowej o poj. 10 cm³ umieszcza się 0,66 g (0,63 cm³; 0,006 mola) aldehydu benzoesowego i 0,59 g (0,58 cm³; 0,006 mola) aniliny. Kolbę zamyka się korkiem i energicznie wytrząsa przez 15 minut. Po tym czasie mieszaninę wylewa się do 1,1 cm³ etanolu umieszczonego w zlewce, po kilku minutach wytrąca się osad. Mieszaninę zostawia się na około 10 minut w temperaturze pokojowej, a następnie chłodzi w wodzie z lodem. Prawie całkowicie zestaloną krystaliczną masę odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, starannie

odciska i suszy na powietrzu. Otrzymuje się czystą benzylidenoanilinę o temperaturze topnienia 52°C w ilości 0,95 g (wyd. 84%).

Piśmiennictwo: M. Mąkosza: Synteza organiczna. PWN, Warszawa 1972, s.271.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO₂ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilarek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chloroformem (CHCl₃). Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od jej górnej krawędzi. Moką płytkę przenosi się pod dygestorium w celu odparowania rozpuszczalnika. Otrzymany chromatogram ogląda się w świetle lampy UV przy długości fal 254 i 365 nm. Określa się barwy plamek chromatogramu i mierzy wartości współczynnika R_f, jako stosunek drogi przebytej przez plamki związków do drogi przebytej przez czoło rozpuszczalnika.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

6. Utylizacja odpadów:

Przesącz należy przelać do pojemnika na zlewki organiczne bez chlorowca.

C. Sporządzenie raportu

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.